

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-171760

(43)Date of publication of application : 20.06.2003

(51)Int.Cl.

C23C 14/34  
C22C 27/04  
H01L 21/28  
H01L 21/285

(21)Application number : 2001-369989

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 04.12.2001

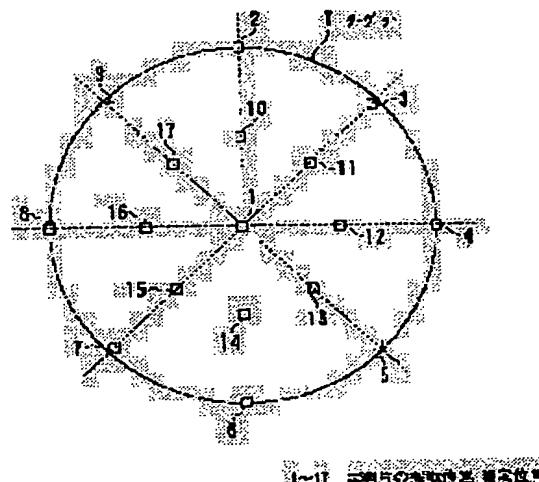
(72)Inventor : WATANABE KOICHI  
WATANABE TAKASHI  
SUZUKI YUKINOBU  
FUJIOKA NAOMI  
ISHIGAMI TAKASHI  
KOSAKA YASUO  
KOMATSU TORU

## (54) TUNGSTEN SPUTTERING TARGET

## (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a tungsten sputtering target in which, even when a W film is deposited on a large substrate, the inplane uniformity of the specific resistance of the film can be reduced to  $\leq 3\%$ .

**SOLUTION:** The tungsten sputtering target has a relative density of  $\geq 99\%$ , and a Vickers hardness of  $\geq 330$  Hv. Further, variation in the Vickers hardness of the whole of the target is  $\leq 30\%$ .



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.09.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision  
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号  
特開2003-171760  
(P2003-171760A)

(43)公開日 平成15年6月20日 (2003.6.20)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>  
 C 23 C 14/34  
 C 22 C 27/04  
 H 01 L 21/28  
 21/285

識別記号  
 101  
 301

F I  
 C 23 C 14/34  
 C 22 C 27/04  
 H 01 L 21/28  
 21/285

テ-マコ-ト(参考)  
 A 4 K 0 2 9  
 1 0 1 4 M 1 0 4  
 3 0 1 R  
 S

審査請求 未請求 請求項の数 5 OL (全 8 頁)

(21)出願番号 特願2001-369989(P2001-369989)

(22)出願日 平成13年12月4日 (2001.12.4)

(71)出願人 000003078

株式会社東芝

東京都港区芝浦一丁目1番1号

(72)発明者 渡邊 光一

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 渡辺 高志

神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(74)代理人 100078765

弁理士 波多野 久 (外1名)

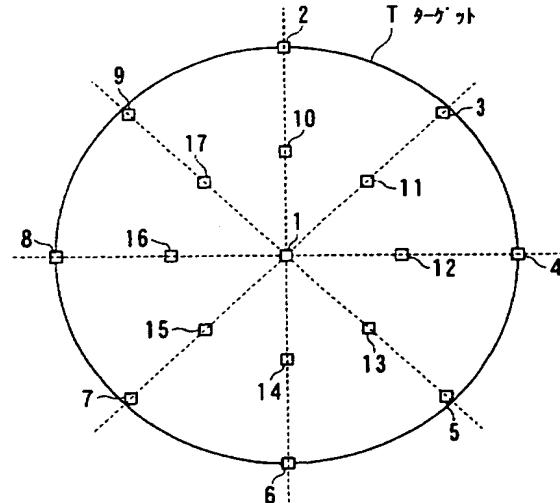
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 タングステンバッタリングターゲット

## (57)【要約】

【課題】大型の基板上に成膜した場合においても、W膜の比抵抗の面内均一性を3%以下に低減することが可能となるタングステンバッタリングターゲットを提供する。

【解決手段】ターゲットの相対密度が99%以上であり、かつビッカース硬度が330HV以上であり、かつターゲット全体のビッカース硬度のばらつきが30%以下であることを特徴とするタングステンバッタリングターゲットである。



1~17 試料片の採取位置 測定位置

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ターゲットの相対密度が99%以上であり、かつビッカース硬度が330HV以上であり、かつターゲット全体のビッカース硬度のばらつきが30%以下であることを特徴とするタンゲステンスパッタリングターゲット。

【請求項2】 前記ターゲットに含有される不純物としてのFe, Ni, Cr, Cu, Al, Na, K, UおよびThの合計含有量が0.01質量%未満であることを特徴とする請求項1記載のタンゲステンスパッタリングターゲット。

【請求項3】 前記ターゲットを構成するタンゲステンの純度が99.99%以上であることを特徴とする請求項1記載のタンゲステンスパッタリングターゲット。

【請求項4】 前記ターゲットが、Cu, Al、またはそれらの合金からなるバッキングプレートと一緒に接合されていることを特徴とする請求項1記載のタンゲステンスパッタリングターゲット。

【請求項5】 前記ターゲットが拡散接合またはソルダ接合によって前記バッキングプレートと一緒に接合されていることを特徴とする請求項4記載のタンゲステンスパッタリングターゲット。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、LSIや液晶、PDP等のエレクトロニクス分野、磁気記録分野において電極膜や配線膜をスパッタリング法により形成する際に使用されるタンゲステンスパッタリングターゲットに係り、特に均一なスパッタリング操作による製膜が可能であり、膜比抵抗の面内均一性を大幅に改善できるタンゲステンスパッタリングターゲットに関する。

## 【0002】

【従来の技術】 近年、半導体デバイス技術は急速に進歩しつつあり、特にDRAM、ロジック、フラッシュメモリー等に代表される半導体素子においては、その高集積化・高信頼性・高機能化・高速化がさらに進展するに伴って、素子の微細加工技術に要求される加工精度も益々高度になる傾向にある。

【0003】 上記のような高度の技術的要件を達成するためには、半導体素子の内部配線材料の低抵抗化が必須となる。これまでLSIに使用されてきた電極の構成材としては、MoSi<sub>x</sub>やWSi<sub>x</sub>などに代表される高融点金属シリサイド膜が広く使用されてきたが、信号伝播の高速化を可能とする、より低抵抗な材料の検討開発も鋭意進められている。その中でタンゲステン(W)は低抵抗であり、耐熱性にも優れており今後の電極配線材料として注目され、一部では既に使用されている。

【0004】 電極配線膜の形成方法はこれまでスパッタリング法が主流であったが、W膜に関してはプランケットWに代表されるCVD法を用いた技術でも成膜は可能

である。スパッタリング法は、一般にWなどで形成されたスパッタリングターゲットにArやKrで代表される希ガスを高速度で衝突せしめ、はじき出されたターゲット成分分子をシリコン(Si)ウェハーなどの基板表面に蒸着させて所定厚さのW膜等を形成する成膜方法である。このスパッタリング法はCVD法と比較して、成膜速度が速く量産性にも優れ、下地膜に対するプラズマダメージも小さく、かつ取り扱いも簡単であるなどの有利点があるため、今後の電極配線の形成方法としてもスパッタリング法が主として採用されることは間違いない。

【0005】 ところで現状の半導体製造装置において、LSIを製造するための使用されているSiウェハーのサイズは、より製造効率を高めるために順次大型化が進められている。具体的にはウェハーサイズは直径6インチから8インチへとシフトして直径200mmサイズのウェハーが主として使用されている。しかしながら、大型化が進み、今後は更に12インチ(直径300mm)までスケールアップされると予測されている。

【0006】 現状の8インチサイズのSiウェハーに対応するスパッタリングターゲットのサイズは、スパッタリング装置の種類によっても若干異なるが、一般に直径300mm相当である。そして今後直径が12インチクラスのSiウェハーが実現した場合には、おそらく直径が400mm以上の大型サイズのターゲットが要求される。このようなウェハーサイズのスケールアップ化に伴って生起する問題として、膜比抵抗の面内均一性の低下が大きくクローズアップされてくる。特にLSIで使用する電極は、比抵抗の差異によって、トランジスターの特性に大きな影響をもたらすため、LSIの特性上重要なファクターとなる。言い換れば、電極形成した薄膜の比抵抗の面内均一性が良好でないと、LSIの製造歩留りが急激に低下し良品率の悪化によりLSIメーカーの収益率に大きなダメージを与える。

【0007】 比抵抗の面内均一性は、スパッタリングする条件、具体的に言えば、スパッタリング装置における投入電力値やガス圧力、ターゲットと基板との距離など様々なパラメーターによって大きな影響を受ける。しかしながら、これらのパラメーターを厳密に制御しても、現在までに市販されているスパッタリング装置を用いて得られる成膜の比抵抗の面内均一性は5%程度が限界である。

【0008】 W膜を形成するためのスパッタリングターゲットが現在までに各種提案され公知例として公報に記載されている。例えば特開平7-76771号公報には相対密度が99.5%以上で平均粒径が10μmを超える200μm以下であることを特徴とするスパッタリングターゲットが提唱されている。また特開平5-93267号公報には、C含有量が50ppm以下であり、O含有量が30ppm以下であり、相対密度が97%以上であり、結晶粒径が一定方向につぶれた形状を有すること

を特徴とするスパッタリングターゲットが提案されている。さらに特開平5-222525公報には、W粉末を加圧して60%以上の相対密度を有する成形体を作製した後、水素を含む雰囲気中で該成形体を温度1400℃以上、好ましくは1600℃以上に加熱して相対密度90%以上の焼結体とし、更に焼結体を1600℃以上で熱間加工し99%以上の相対密度を得ること特徴とするスパッタリングターゲットが提案されている。

【0009】しかしながら、これら公知のWスパッタリングターゲットを用いて、所定のスパッタリング条件を厳密に制御しながら成膜を実施しても、現状では、W膜の比抵抗の面内均一性は5%程度が限界であり、このW膜を使用したLSIの製造歩留りの改善効果は少ない状態である。

#### 【0010】

【発明が解決しようとする課題】近年、LSIに要求される高集積化・高速化・高信頼性化に対する技術的 requirement がさらに高度化するに伴って、電極・配線材料の低抵抗化がさらに要求されており、電極構成材料について言えば、従来主流のシリサイド系材料からWなどの高純度金属系(ピュアメタル)へとシフトする傾向がある。このようなLSIの電極部には、ウェハー面内における成膜の比抵抗の均一性(面内均一性)が重要なポイントとなる。しかしながら、前記のように現状で公知であるスパッタリングターゲットを用いて得られるW膜の比抵抗の面内均一性は5%程度であることから、更にウェハーサイズが大型化された場合には、膜の比抵抗の面内均一性はますます悪化する傾向を示す。この現象を回避しない限り、LSIの量産ラインでの製造歩留りが大幅に低下してしまい、多額な損失が発生してしまうことが不可避免となる問題点があった。

【0011】本発明は、上記のような問題点に対処するためになされたものであり、8インチサイズ以上の大型のSiウェハー上に成膜した場合においても、W膜の比抵抗の面内均一性を3%以下に低減することが可能となるタンクスステンスパッタリングターゲットを提供することを目的としている。

#### 【0012】

【課題を解決するための手段】本発明者は、上記課題を解決するため、スパッタリングターゲットの密度や硬さ、その面内でのばらつきなどが成膜の比抵抗の面内均一性に及ぼす影響について種々検討した。その結果、特にターゲット全体をむらなく高密度化して、かつ硬さ及びそのばらつきを制御することにより、従来達成することができなかった8インチサイズ以上のSiウェハー上に成膜したW膜の比抵抗の面内均一性を3%以下に低減することが可能になるという知見が初めて得られた。

【0013】本発明は上記知見に基づいて完成されたものである。すなわち、本発明に係るタンクスステンスパッタリングターゲットは、ターゲットの相対密度が99%

以上であり、かつビッカース硬度が330HV以上であり、かつターゲット全体のビッカース硬度のばらつきが30%以下であることを特徴とする。

【0014】また上記タンクスステンスパッタリングターゲットにおいて、このターゲットに含有される不純物としてのFe, Ni, Cr, Cu, Al, Na, K, UおよびThの合計含有量が0.01質量%未満であることが好ましい。すなわち、前記ターゲットを構成するタンクスステンの純度が99.99%以上であることが好ましい。

【0015】さらに、前記ターゲットが、Cu, Al、またはそれらの合金からなるバッキングプレートと一緒に接合されていることが好ましい。また、前記ターゲットが拡散接合またはソルダー接合によって前記バッキングプレートと一緒に接合されていることが好ましい。

【0016】このように、本発明に係るタンクスステンスパッタリングターゲットは、相対密度が99%以上であり、かつビッカース硬度が330HV以上であり、かつターゲット全体のビッカース硬度のばらつきが、30%以下であることを特徴とするスパッタリングターゲットである。上記したような構成のスパッタリングターゲットを使用して成膜することにより、W膜の比抵抗の面内均一性を大幅に改善することが可能となる。

【0017】すなわち、従来から8インチのSi基板上にWターゲットを用いたスパッタリング法によりW膜を成膜する場合において、このW膜を使用したLSIなどの製造歩留りを改善するためには、W膜の比抵抗の均一性を向上させることが必須の要件となる。

【0018】しかしながら、従来から公知の高純度Wターゲットを用いてスパッタリングした場合、成膜条件を厳正に制御した場合においても、W膜の比抵抗の面内均一性を5%程度にすることが限界であった。更にウェハーサイズが大口径化した場合、例えば12インチウェハーの場合では、この面内均一性は7%程度まで増大してしまう。このような比抵抗の均一性を更に改善を図るために、Wターゲットから飛散する中性粒子やイオンの放出分布角度が重要なファクターとなる。この点について種々検討した結果、本発明者らはターゲットの相対密度を99%以上とし、ターゲットのビッカース硬度を330HV以上に規定し、かつターゲット全体でのビッカース硬度のばらつきを所定範囲に制御することがW膜の比抵抗の均一性を高めることに対して有効に作用することを見出した。

【0019】従来のWターゲットに関しては、粒径や不純物に着目して特性の向上を図ったターゲットについての開発はなされてきたものの、ターゲットの硬さに注目した例はなかった。スパッタリングで形成した膜の比抵抗の均一性に対しては、膜厚と膜質との相関性が重要な因子である。この双方の特性を適正にコントロールするためには、原料粉末の粒径や不純物含有量の他に、ターゲットの相対密度を99%以上とし、かつターゲット全体でのビッカース硬度を330HV以上に規定し、かつターゲット全体でのビッカース硬度のばらつきを所定範囲に制御することがW膜の比抵抗の均一性を高めることに対して有効に作用することを見出した。

50 ためには、原料粉末の粒径や不純物含有量の他に、ターゲットの相対密度を99%以上とし、かつターゲット全体でのビッカース硬度を330HV以上に規定し、かつターゲット全体でのビッカース硬度のばらつきを所定範囲に制御することがW膜の比抵抗の均一性を高めることに対して有効に作用することを見出した。

ゲット自体の硬度及びそのばらつきを管理制御することが重要となる。つまり、ターゲットにArイオンを繰り返して衝突せしめて、はじき出されたターゲット成分を基板等に蒸着させて薄膜を形成する過程において、ターゲット表面に部分的に硬度が異なる箇所が存在すると、Arイオンが衝突してはじき出されるターゲット成分のクラスターの数量や放出角度にばらつきが生じ、結果的に膜厚および膜質がともに悪影響を受けることが判明した。

【0020】ここで、ターゲットの相対密度は、99%以上とすることが必要である。ターゲットの相対密度が99%以下である場合には、ターゲット中にガス成分が多く含まれるため、膜を形成した際に、膜の比抵抗が増大してしまう。また、異常放電によるダスト発生の増大化も懸念される。上記観点から、ターゲットの相対密度は、さらに99.3%以上が好ましく、さらには99.5%以上がより好ましい。

【0021】ターゲットのビッカース硬度は、330 Hv以上とすることが必要である。このビッカース硬度が330 Hv以下であると、完全に再結晶化が終了していないことから、僅かな内部歪みがスパッタリングによって発生する熱エネルギーの影響を受け、部分的に粒径の粗大化を引き起こし、膜厚及び比抵抗分布に悪影響を与える。上記観点から、ターゲットのビッカース硬度は、350 Hv以上とすることがより好ましく、さらに37\*

$$\text{相対密度（%）} = \text{実測比重} \div \text{理論比重} \times 100$$

【0025】また本発明に係るスパッタリングターゲットのビッカース硬度は、以下に示す方法により測定された値を示すものとする。すなわち、図1に示す様に、例えば円盤状のターゲットの中心部（位置1）と、中心部を通り円周を均等に分割した4本の直線状の中心部から90%の位置（位置2～9）及び中心部から50%の位置（位置10～17）とから、それぞれ長さ15mm×幅15mmの試験片を採取する。これら17点の試験片についてビッカース硬度測定器によって、荷重：500g、荷重時間：15s、測定ポイント：3箇所での平均※

$$\text{硬度のばらつき（%）} = \{ (\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値}) \} \times 100$$

$$\dots\dots (1)$$

\*0 Hv以上とすることが、より好ましい。

【0022】ターゲット全体における上記ビッカース硬度のばらつきは、30%以下とすることが必要である。このビッカース硬度のばらつきが、30%を超えると、ターゲットがエロージョンされる深さにばらつきを生じ、ターゲット成分（タンゲステン）の放出分布角度に悪影響を与える。したがって、ターゲット全体における上記ビッカース硬度のばらつきは、30%以下と規定されるが、さらに20%以下であることが好ましく、さらには15%以下であることがより好ましい。

【0023】ここで、本発明に係るタンゲステンバッタリングターゲットの相対密度は、以下に示す方法により測定された値を示すものとする。すなわち、図1に示す様に、例えば円盤状のターゲットTの中心部（位置1）と、中心部を通り円周を均等に分割した4本の直線状の外周近傍位置（位置2～9）及びその1/2の距離の位置（位置10～17）とから、それぞれ長さ15mm×幅15mmの試験片を採取する。これら17点の試験片についてアルキメデス法を用いて、比重を算出し、理論比重：19.254 g/cm<sup>3</sup>の値を用いて下記式（1）により相対密度を計算し、得られた計算値の平均値を本発明に係るスパッタリングターゲットの相対密度とした。

【0024】

【数1】

※値を算出し、この各試験片についての平均値をさらに平均して得られた値を本発明に係るターゲットの硬度とした。

【0026】さらに、ターゲット全体としてのビッカース硬度のバラツキは、上記した17点の試験片から求めたビッカース硬度の最大値および最小値から、下記計算式（2）に基づいて求めた値を示すものとする。

【0027】

【数2】

$$\dots\dots (2)$$

【0028】本発明に係るスパッタリングターゲットは、通常の高純度金属材料と同程度の不純物であれば含んでも良い。ただし、過度に不純物元素含有量が多いターゲットを使用して成膜した場合には、例えばリーク電流が増大する一方、膜の比抵抗が高くなるなど製品特性が低下するおそれがある。従って、本発明のスパッタリングターゲットにおいては、不純物元素としてのFe、Ni、Cr、Cu、Al、Na、K、U、Thの合計含有量が100ppm以下の高純度Wで構成することが好ましい。言い換えると、Fe、Ni、Cr、Cu、Al、Na、K、U、Thの各含有量（質量%）の合計量

40 を100%から引いた値 [100 - (Fe + Ni + Cr + Cu + Al + Na + K + U + Th)] が99.99%以上（4N以上）の高純度Wを構成材料として使用することが望ましい。

【0029】本発明に係るスパッタリングターゲットは、例えば以下のようにして作製することができる。例えば、単一粒子が不規則に凝集した形骸粒子の割合が少なく、粒度分布範囲が20μm以下である高純度W粉末を、目的とするターゲットサイズに対応する形状を有するカーボン型などに充填し、ホットプレス法により加圧50 焼結することが、本発明で規定するターゲットのビッカ

ース硬度及びそのばらつきを得るのに効果的である。

【0030】なお、前記形骸粒子を多量に含有した高純度W粉末は、高い加圧力で焼結してもその形骸粒子の内部まで完全に焼結が進行せず、ターゲット組織内に気孔が発生して高密度の焼結体が得られないため、上記形骸粒子が少ないW原料粉末を使用することが好ましい。

【0031】また、粒度分布範囲が20μmを超える粗大なタンゲステン粒子が存在すると、焼結過程における結晶化の速度にばらつきが生じ易いため、得られた焼結体の硬度およびその位置的なばらつきが大きくなってしまう恐れがある。したがって、タンゲステン原料粒子の粒度分布範囲は20μm以下であることが好ましく、さらには10μm以下がより望ましい。

【0032】上述した加圧焼結工程においては、タンゲステン成形体を最高焼結温度まで昇温する前に、例えば、1150℃～1450℃の温度で5時間以上加熱して脱ガス処理を実施することが好ましい。この脱ガス処理により、原料粉末に付着していた吸着酸素や他の不純物元素を効果的に除去することができる。ここで、脱ガス処理の温度が過度に低いと脱ガスの効果が十分に得られず、逆に処理温度が過度に高いと成形体の外周部の焼結が進行し閉気孔の発生によりガスが抜けにくくなるため、前記脱ガス温度範囲とした。脱ガス処理の雰囲気は、真空中(1Pa以下)、もしくはH<sub>2</sub>ガス雰囲気中が好ましい。このような脱ガス処理を実施した後に、例えば、1.0Pa以下の真空雰囲気下で20MPa以上の加圧力を付加しつつ成形体を加熱して焼結する。ここで最高焼結温度までに到達させる前に昇温速度2℃/min～5℃/minで成形体を加熱し、中間焼結温度1450℃～1700℃の温度で最低1.0時間保持する中間焼結工程を実施することが好ましい。このような中間焼結工程を実施することにより、ターゲット焼結体の温度均一性を向上させることができ、また焼結体に含有形成された空孔もしくはボイドを効果的に除去することができる。ここで、中間焼結温度が過度に低いと焼結が進行しないため密度が十分に向上せず、逆に過度に中間焼結温度が高いと内部に閉気孔が残存してしまうため、前記の範囲の中間焼結温度とした。

【0033】そして、上記のような中間焼結工程を実施した後に、最高焼結温度で焼結する焼結体の緻密化を図る。この最高焼結温度は、ターゲットの融点温度の1/2以上が好ましい。この最高焼結温度での焼結体の保持時間は、5時間以上とすることが好ましい。このような最高焼結工程を実施した後に、例えば加圧していた焼結雰囲気圧力を開放して、冷却速度10℃/min以上で焼結体を冷却することが好ましい。また、この加圧焼結された焼結体をさらにHIP(熱間静水圧プレス)処理してもよい。このHIP処理における加熱温度は、1400℃～1800℃に設定する一方、加圧力は150MPa以上に設定することが好ましい。このようなHIP

処理を実施することにより、より緻密なターゲット焼結体を得ることが可能となる。

【0034】その他の製法として、前述した高純度で粒径範囲が小さい微細なタンゲステン原料粉末を使用し、原料粉末をCIP(冷間静水圧プレス)処理により所定形状に成形した後に、上記HIP処理を実施して、その後に成形体を水素焼結の後に、さらに焼結体を熱間圧延もしくは熱間鍛造してターゲット焼結体を形成してもよい。

10 【0035】具体的には、前述した高純度で粒径範囲が小さい微細なタンゲステン原料粉末を使用し、原料粉末を100MPa以上でCIP処理して、密度が60%程度の仮成形体を作製する。ここで、CIP処理圧力を前記値以上としたのは、過度に処理圧力が低いと意図する密度を得ることができにくくなるためである。その後、1500℃以上、150MPa以上の条件下でHIP処理を施し、その後に成形体を1800℃以上、最低5時間以上の条件下で水素焼結を施す。いずれについても、上記条件下で処理した場合、密度の低下や硬度のばらつきを完全に回避することはできないため、その後、熱間圧延もしくは熱間鍛造してもよい。

【0036】当然、さらに緻密化を図るために、HIP処理を実施して緻密なターゲット焼結体を製造することも可能である。また、ホットプレス処理もしくはHIP処理を実施した後に、水素焼結を施し、その後に熱間鍛造または熱間圧延を実施してもよい。また、CIP処理後に直接HIP処理を実施しても構わない。

30 【0037】このようにして得られたターゲット材料を機械加工し所定のターゲット形状に加工する。このようにして得られたターゲット材料をCuやAl、もしくはそれらの合金からなるバッキングプレートと一体に接合することにより、取扱い性が良好なスパッタリングターゲットが得られる。

【0038】上記バッキングプレートとの接合法としては、半田などのろう材を使用したソルダー接合法(ろう付け接合法)や拡散接合法などが適用される。ろう付け接合は、公知のIn系やSn系の接合材(ろう材)を使用して実施する。また拡散接合時の加熱温度は、600℃以下とする。これは、Alの融点が660℃であるためである。

【0039】特に、熱伝導率が高いCuやAl、もしくはそれらの合金からなるバッキングプレートとターゲットを一体に接合することにより、スパッタリング時におけるターゲットの発熱を、バッキングプレートを介して効率的に系外に放出することができる。さらに、冷却水の流路を一体に形成したバッキングプレートをターゲットに一体に接合し、冷却水を流通させることにより、ターゲットの冷却効果をより増進させることができる。

50 【0040】上記構成に係るタンゲステンスパッタリン

ターゲットによれば、ターゲットの相対密度が99%以上であり、かつビッカース硬度が330 Hv以上であり、かつターゲット全体のビッカース硬度のばらつきが30%以下とし、緻密で硬度のばらつきが少ないスパッタリングターゲットとしているため、大口径のウェハー上にスパッタリングにより薄膜を形成した場合においても、比抵抗の面内均一性が3%以下となるような均一な薄膜を形成することが可能になる。したがって、ウェハーサイズの大型化により、半導体装置の製造歩留りを大幅に改善することが可能になり、製品コストの顕著な低減が実現する。

#### 【0041】

【発明の実施の形態】次に本発明の実施形態について以下の具体的な実施例、比較例およびその評価結果に基づいて説明する。

#### 【0042】実施例1～4および比較例1～7

まず、Fe, Ni, Crなどの不純物元素の合計含有量が0.01質量%で純度が99.99質量% (4N) であり、表1に示すように粒度分布範囲がそれぞれ10μm以下、20μm以下、30μm以下、50μm以下、100μm以下の粒子で構成される高純度W粉末を用意した。

【0043】この各々の高純度W粉末をカーボン型内に充填してホットプレス装置にセットし、まず、1Pa以下の真空雰囲気中にて表1に示す各温度に加熱して10時間保持する脱ガス処理を実施して不純物元素量を低減した。次いで、同様の真空雰囲気中で成形体に表1に示す各圧力を加えつつ、昇温速度2°C/minで加熱し、表1に示す各温度で10時間保持した後、表1に示す各最高焼結温度で15時間保持して緻密化焼結を実施し

$$\text{比抵抗の均一性} (\%) = \{ (\text{最大値} - \text{最小値}) / (\text{最大値} + \text{最小値}) \} \times 100$$

…… (3)

【0049】これらの測定算出結果を下記表1に示す。

【0050】

試料No.	W粉末の粒度分布 ×10hr	脱ガス温度(°C) ×10hr	加圧力 (MPa)	中間焼結温度(°C) ×10hr	最高焼結温度(°C) ×15hr	密度 (%)	ビッカース硬度 (Hv)	ビッカース硬度のばらつき (%)	W膜の比抵抗均一率 (%)
実施例1	10μm以下	1300	30	1500	1950	99.9	375	11.1	1.8
実施例2	20μm以下	1400	30	1600	1900	99.7	366	28.2	2.5
実施例3	20μm以下	1200	40	1600	2000	99.9	377	8.8	1.2
実施例4	20μm以下	1400	40	1550	1900	99.9	375	10.1	1.6
比較例1	20μm以下	1100	30	1600	1900	98.5	325	11.1	4.8
比較例2	20μm以下	1400	30	1450	1800	98.4	323	30.4	5.3
比較例3	20μm以下	1300	10	1600	1900	97.6	303	15.6	5.9
比較例4	20μm以下	1300	30	1600	1650	95.2	282	35.5	6.0
比較例5	30μm以下	1400	30	1600	1900	99.1	322	32.3	5.1
比較例6	50μm以下	1400	30	1600	1900	98.7	319	37.4	5.4
比較例7	100μm以下	1400	30	1600	1900	97.2	313	39.1	6.3

【表1】

【0051】上記表1に示す結果から明らかかなように、ターゲットの相対密度が99%以上であり、かつビックカース硬度が330HV以上であり、かつターゲット全体のビックカース硬度のばらつきが、30%以下である各実施例に係るスパッタリングターゲットを使用して形成したW膜は、いずれも比抵抗の均一性が3%以下となり、大口径のウェハー基板上に成膜した場合においても、優れた面内均一性を実現できることが判明した。

【0052】実施例5～8および比較例8～13

実施例1と同様に、Fe, Ni, Crなどの不純物元素の合計含有量が0.01質量%で純度が99.99質量% (4N) であり、表2に示すように粒度分布範囲がそれぞれ10μm以下、20μm以下、30μm以下、50μm以下、100μm以下の粒子で構成される高純度W粉末を用意した。

【0053】この各高純度W粉末を100MPaの加圧力にてCIP成形して、得られた成形体に対して引き続い、表2に示す各温度および各圧力の条件でHIP処理を実施し、表2に示す相対密度の焼結体を得た。その後、焼結体を水素雰囲気中で10hr保持した後、さらに水素雰囲気中において表2に示す各温度で熱間圧延を\*

試料No	W粉末の粒度分布	HIP温度(℃)	HIP圧力(MPa)	水素雰囲気温度(℃)	密度(%)	ビックカース硬度(Hv)	ビックカース硬度のばらつき(%)	W膜の比抵抗均一率(%)
実施例5	10μm以下	1600	180	2000	99.9	383	10.6	1.7
実施例6	10μm以下	1650	160	2200	99.9	380	10.8	1.8
実施例7	10μm以下	1500	150	2200	99.8	379	10.9	1.8
実施例8	20μm以下	1600	180	2000	99.8	376	27.5	2.3
比較例8	20μm以下	1000	180	2000	95.1	311	26.6	4.9
比較例9	20μm以下	1600	10	2000	88.8	277	65.2	14.6
比較例10	20μm以下	1550	180	1700	94.5	295	34.1	12.2
比較例11	30μm以下	1600	180	2000	98.9	311	30.9	4.9
比較例12	50μm以下	1600	180	2000	98.3	309	35.4	5.8
比較例13	100μm以下	1600	180	2000	96.9	297	38.8	6.6

【0057】上記表2に示す結果から明らかかなように、ターゲットの相対密度が99%以上であり、かつビックカース硬度が330HV以上であり、かつターゲット全体のビックカース硬度のばらつきが、30%以下である各実施例に係るスパッタリングターゲットを使用して形成したW膜は、いずれも比抵抗の均一性が3%以下となり、大口径のウェハー基板上に成膜した場合においても、優れた面内均一性を実現できることが判明した。

【0058】

【発明の効果】以上説明の通り、本発明に係るタングステンスパッタリングターゲットによれば、ターゲットの相対密度が99%以上であり、かつビックカース硬度が330HV以上であり、かつターゲット全体のビックカース硬度のばらつきが30%以下とし、緻密で硬度のばらつきが少ないスパッタリングターゲットとしているため、大口径のウェハー基板上にスパッタリングにより薄膜を形成した場合においても、比抵抗の面内均一性が3%以

\*実施して、ターゲット材料としての各焼結体を得た。このようにして作製したW焼結体を所望のターゲット寸法(直径Φ300×厚さ5mm)に機械加工し、さらにCu製パッキングプレートに一体的にろう付け接合することによって、それぞれ実施例5～8および比較例8～13に係る10種類のWスパッタリングターゲットを調製した。

【0054】このようにして作製した各Wスパッタリングターゲットをそれぞれ用いて、スパッタ方式:マグネットロンスパッター、背圧:1×10<sup>-5</sup>(Pa)、出力DC:2(kW)、Ar:0.5Pa、スパッタ時間:5(min)の条件下で、8インチのSiウェハー基板上にW膜を成膜した。

【0055】こうしてSiウェハー基板上に形成された各W膜の比抵抗の均一性を実施例1と同様に測定するとともに、ターゲットの相対密度、ビックカース硬度(Hv)およびそのばらつきを同様に測定した。これらの測定算出結果を下記表2に示す。

【0056】

【表2】

20

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明に係るタングステンスパッタリングターゲットおよびそのターゲットを使用して形成したタングステン膜の特性を測定するための試料片の採取位置および測定位置を示す平面図。

【図2】パッキングプレートと一体に接合した本発明に係るタングステンスパッタリングターゲットの一実施例を示す断面図。

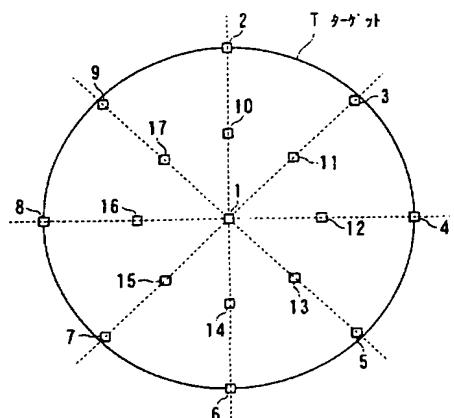
【符号の説明】

1～17 試料片の採取位置および測定位置

T タングステンスパッタリングターゲット

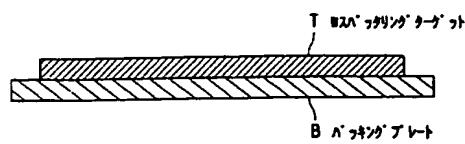
B パッキングプレート

【図1】



1~17 試料片の採取位置 測定位置

【図2】



## フロントページの続き

(72)発明者 鈴木 幸伸  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 藤岡 直美  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 石上 隆  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 高阪 泰郎  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

(72)発明者 小松 透  
神奈川県横浜市磯子区新杉田町8番地 株式会社東芝横浜事業所内

F ターム(参考) 4K029 AA02 BA23 BD02 DC03 DC21  
DC22 DC24  
4M104 BB18 DD40